



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

216 736

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 12 80
(21) PV 8396-80

(51) Int. Cl.³ G 01 N 31/22

(40) Zveřejněno 29 01 82
(45) Vydáno 01 10 84

(75)

Autor vynálezu

MAYER JIŘÍ ing.

VANÍČEK MILOŠ RNDr., FRÝDEK-MÍSTEK

(54)

Způsob sledování procesů přímé chlorace aktivními indikátory

Předmětem vynálezu je způsob sledování procesů izolace nekovových vměstků metodou přímé chlorace pomocí radioaktivních indikátorů.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že analyzovaný vzorek výchozího materiálu se označí aktivními indikátory, provede se izolace vměstků přímou chlorací vzorku a spektrometrickou metodou se kvalitativně identifikují a kvantitativně stanoví použité indikátory ve všech produktech separačního procesu.

Způsobem podle vynálezu lze přímo kvantitativně stanovit rozdělení značných složek materiálu mezi izolát a odpadní produkty a dosáhnout objektivních informací o procesech přímé chlorace a pro interpretaci výsledků izolace nekovových vměstků.

Vynález se týká způsobu sledování procesů přímé chlorace aktivními indikátory v souvislosti se zjišťováním přítomnosti chemických forem prvků v analyzovaném vzorku materiálů, zejména kovových, a se sledováním jejich přechodu do produktů separačních procesů.

Přítomnost chemických forem prvků v analyzovaném vzorku materiálů se zjišťuje dosavadními metodami obtížně, jejich přechod do produktů separačních procesů nelze sledovat a kvantitativní rozdělení mezi produkty se přímo nedá zjistit vůbec.

K izolaci oxidických vměstků z kovových materiálů se běžně používá metoda přímé chlorace. U této metody se na analyzovaný vzorek materiálu, který je uložen v křemenné lodičce v chlorační peci, působí při zvýšené teplotě plynným chlorem. V průběhu chlorace některé složky reagují s chlorem za vzniku příslušných sloučenin, oxidické vměstky za vhodných podmínek však s chlorem nereagují. Vznikající chloridy již v průběhu chlorace odcházejí jako odpadní produkty z prostoru peci, kvantitativní odstranění se provádí následnou vakuovou sublimací při zvýšené teplotě. Koncovým produktem je chlorační izolát oxidických vměstků, který zůstává na křemenné lodičce.

Při současném způsobu provedení přímé chlorace nelze přímo kvantitativně určit rozdělení jednotlivých složek analyzovaného materiálu mezi izolát vměstků a odpadní produkty.

Uvedené nevýhody dosavadního způsobu izolace oxidických vměstků z kovových materiálů jsou odstraněny u způsobu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se vzorek označí radioaktivním indikátorem, provede se přímá chlorace vzorku, načež se provede vakuová sublimace a následné vyžihání vzorku, přičemž se provádějí spektrometrická měření vzorku před a po chloraci a po sublimaci a vyžihání se provádějí spektrometrická měření získaného izolátu oxidických vměstků a odpadních produktů a na základě výsledků spektrometrických měření se provádí materiálová bilance separačního postupu.

U způsobu podle vynálezu se dosahuje objektivních informací pro poznání mechanismu přechodu složek analyzovaného vzorku u uvedeného separačního postupu přímou chlorací a přímého kvantitativního stanovení jejich rozdělení mezi izolát a odpadní produkty. Způsob podle vynálezu rovněž umožňuje dosažení kvalitativně nových informací pro interpretaci výsledků izolace oxidických vměstků na základě prováděné materiálové bilance značených složek analyzovaného materiálu.

Způsob podle vynálezu využívá ke sledování procesů přímé chlorace radioaktivních indikátorů a gama spektrometrické metody k jejich kvalitativní identifikaci a ke kvantitativnímu stanovení.

Při provádění způsobu sledování procesů přímé chlorace aktivními indikátory se postupuje následovně.

Vzorek materiálu značeného aktivním indikátorem pro přímou chloraci lze připravit dvěma způsoby.

U první varianty se analyzovaný vzorek aktivuje neutrony v jaderném reaktoru. Touto aktivací vznikají z prvků přítomných v analyzovaném materiálu příslušné radionuklidy, které lze použít jako aktivní indikátory. Počet indikátorů a aktivita těchto radionuklidů je determinována chemickým složením analyzovaného vzorku a parametry aktivace.

Druhá varianta spočívá v přípravě značeného materiálu tím způsobem, že nejdříve se připraví radioaktivní indikátor odděleně aktivací vhodného materiálu v jaderném reaktoru a v následující etapě se analyzovaný materiál tímto indikátorem označí. V případě práškových materiálů lze použít homogenního mechanického míchání, u kovových materiálů se provádějí laboratorní tavby na vhodném zařízení, např. pec s indukčním nebo odporovým ohřevem. Z takto získaného značeného materiálu se připraví analytický vzorek.

Jako radioaktivních indikátorů lze použít takových radionuklidů, jejichž poločas rozpadu umožní provést přípravu analytického vzorku, proces izolace vměstků přímou chlorací a spektrometrická měření všech produktů. Parametry aktivace neutrony se volí z hlediska hygienických a bezpečnostních předpisů tak, aby úhrnná aktivita analyzovaných vzorků značeného materiálu nepřesáhla povolenou hodnotu.

Před zahájením přímé chlorace se spektrometricky měří výchozí analytické vzorky značeného materiálu. Po ukončení vlastní chlorace se spektrometricky měří vzorky surových izolátů, tyto se po měření opět vloží do chlorační aparatury a po provedení sublimace a vyžihání se měří vzorky chloračních izolátů.

Odpadní produkty se po ukončení izolace přenesou z prostoru chloračních pecí vymytím do roztoku. V tomto roztoku se provede vysrážení vhodné sraženiny s velkým povrchem, např. hydroxid železitý nebo hlinitý, aby na této sraženině došlo k adsorpci použitého indikátoru. Vzniklá sraženina se po filtraci a vysušení přenesou do měřicích nádobek a spektrometricky se proměří.

Pro gama spektrometrická měření se používají scintilační nebo polovodičové detektory ve spojení s mnohokanálovými analyzátory. Aktivita použitých radionuklidů se stanoví na základě vypočtené plochy pod určenými fotopeaky příslušných radionuklidů v energetických spektrech záření gama získaných spektrometrickým měřením výchozího značeného materiálu a všech produktů procesu přímé chlorace.

Obsahy použitého indikátoru se stanoví relativní metodou pomocí kalibračních konstant získaných při spektrometrických měřeních standardních vzorků, připravených z výchozího značeného materiálu.

Na základě výsledků získaných ze spektrometrických měření se provede celková bilance použitých indikátorů v produktech sledovaného procesu izolace oxidických

vměstků metodou přímé chlorace. Tato bilance poskytuje kvantitativní informace o rozdělení aktivních indikátorů mezi izolát a odpadní produkty i o mechanismu přechodu indikátorů do odpadních produktů. Získané informace poskytují podklady pro hodnocení forem přítomnosti použitých indikátorů a značených složek ve výchozím analyzovaném materiálu.

V dalším se uvádějí příklady provádění způsobu sledování procesů přímé chlorace aktivními indikátory podle vynálezu.

Aktivací kysličníku ceričitého v jaderném reaktoru byl připraven aktivní indikátor-radionuklid ^{141}Ce , kterým byla označena ocelářská struska.

Z této značené strusky byly připraveny analytické vzorky, které byly podrobeny přímé chloraci. Z výsledků spektrometrických měření vyplývá, že kysličník ceričitý, značený radionuklidem ^{141}Ce , se v daných podmínkách procesu přímé chlorace nemění, zůstává kvantitativně v oxidické formě v izolátu a do odpadních produktů nepřechází.

Na odporové peci byla se značenou struskou provedena laboratorní tavba, z vyrobených slitků oceli byly připraveny analytické vzorky pro izolaci vměstků. Po izolaci nekovových vměstků přímou chlorací a spektrometrickém měření vzorků byla provedena materiálová bilance obsahu ceru ve vzorcích získaných v průběhu sledování tohoto separačního postupu. Na jejím základě bylo provedeno hodnocení účinnosti a reprodukovatelnosti separačního postupu, ze kterého vyplývá, že 20 % ceru přechází do odpadních produktů. Ve spojení s předcházejícími poznatky lze hodnotit rozdělení složky značené aktivním indikátorem mezi izolát a odpadní produkty jako následek skutečnosti, že cer se ve výchozím materiálu vyskytuje v 80 % v oxidické formě nepodléhající chloraci.

Ve druhém případě byl pomocí aktivních indikátorů-radionuklidů ^{141}Ce , ^{139}Ce a ^{182}Ta sledován proces přímé chlorace binární slitiny Al-Ce s různými obsahy ceru, která byla ozářena neutrony v jaderném reaktoru. Po spektrometrickém měření výchozího materiálu slitiny Al-Ce byla provedena izolace oxidických vměstků přímou chlorací a spektrometricky měřeny chlorační izoláty a meziprodukty i odpadní produkty separačního postupu.

Na jejích základě byla sestavena materiálová bilance ceru a tantalu ve vzorcích získaných při sledování procesu přímé chlorace, jejíž analýza umožnila dosáhnout následujících závěrů. Tantal přítomný v binární slitině ve stopových množstvích přechází již v průběhu vlastní chlorace kvantitativně do odpadních produktů. Při vlastním procesu chlorace dochází sice k chloraci ceru, vznikající chloridy však odcházejí kvantitativně do odpadních produktů teprve v průběhu sublimace. V izolátu zůstává cer v oxidické formě. Na základě údajů o rozdělení ceru mezi izolát a odpadní produkty a o celkovém obsahu ceru ve výchozím materiálu lze stanovit obsah ceru v binární slitině Al-Ce, který je vázán v oxidické formě.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob sledování procesů přímé chlorace aktivními indikátory analyzovaných vzorků materiálů, zejména kovových, vyznačující se tím, že se vzorek označí radioaktivním indikátorem, provede se přímá chlorace vzorku, načež se provede sublimace a vyžihání vzorku, přičemž se provádějí spektrometrická měření vzorku před a po chloraci a po sublimaci a vyžihání se provádějí spektrometrická měření izolátoru a odpadních produktů a na základě spektrometrických měření se provede materiálová bilance.